

was changed and the copper pipe was manufactured, printing of a tool was not generated, the amount of the maximum carbon residue is also below  $0.05 \text{ mg/dm}^2$ , and generating of corrosion was not accepted in the field examination.

[0042]On the other hand, no comparative example No.7 thru/or 12 were able to obtain the result good about the corrosion in the amount of the maximum carbon residue after printing of a tool and annealing, and a field examination. Since the infrared absorption luminous intensity of polybutene was over 0.00119, the maximum carbon deposit concentration in the pipe after heat treatment exceeded 0.05

$\text{mg/dm}^2$ , corrosion occurred in the pipe, and comparative example No.7 and 8 were inferior in pitting nature.

[0043]Although comparative example No.9 and 10 added the additive agent of a petroleum system, since the carbon content of each additive agent separated from the range of this invention, the pyrolysis nature of the additive agent was bad, the

amount of the maximum carbon deposits exceeded  $0.05 \text{ mg/dm}^2$ , corrosion occurred in the pipe, and pitting nature was inferior.

[0044]The thickness of the oil film which carries out drawing posterior matter arrival since the kinetic viscosity at 40 \*\* of polybutene is over the range of 12300cSt and this invention and is hyperviscosity became thick, the carbon content which remains after annealing increased comparative example No.11, and, in the amount of the maximum carbon deposits, the amount of the maximum carbon deposits exceeded

$0.05 \text{ mg/dm}^2$ .

[0045]Since the kinetic viscosity at 40 \*\* of polybutene was less than the range of 105cSt and this invention and was hypoviscosity, printing of a tool generated comparative example No.12 at the time of drawing.

[0046]

[Effect of the Invention]As explained in full detail above, in this invention, the kinetic viscosity of the polybutene contained to a lubricating oil and the quantity of the  $-(\text{CH}_2)_n-$ basis in polybutene are restricted, and the carbon content in a pipe is

reduced.

Therefore, there is not cost increase Kuwae between introduction of large-sized equipment or by the gas stream ON of continuation, change of a drawing process is unnecessary, and there is no printing of a tool and pitting-proof copper or a copper alloy tube excellent in pitting-proof nature can be obtained.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-193390

(43)公開日 平成11年(1999)7月21日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C 10 M 107/22  
145/04  
145/06  
169/04

// C 10 N 20:00

識別記号

F I

C 10 M 107/22  
145/04  
145/06  
169/04

審査請求 未請求 請求項の数9 OL (全10頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

特願平10-16021

(22)出願日

平成10年(1998)1月28日

(31)優先権主張番号

特願平9-302210

(32)優先日

平9(1997)11月4日

(33)優先権主張国

日本 (JP)

(71)出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区臨浜町1丁目3番18号

(72)発明者 土屋 昭則

神奈川県秦野市平沢65番地 株式会社神戸  
製鋼所秦野工場内

(72)発明者 佐伯 主税

神奈川県秦野市平沢65番地 株式会社神戸  
製鋼所秦野工場内

(72)発明者 佐伯 公三

兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号  
株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

(74)代理人 弁理士 藤巻 正憲

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 抽伸加工用潤滑油

(57)【要約】

【課題】 低コストで銅管内の残油を低減して銅管のろ  
う付け性を向上させることができると共に、抽伸加工時  
の潤滑性を向上させて工具の焼付きを防止することができる  
抽伸加工用潤滑油を提供する。

【解決手段】 抽伸加工用潤滑油は、40°Cにおける動  
粘度が100乃至5000cStであり、一般式R<sup>1</sup>—  
(O—R<sup>2</sup>)<sub>m</sub>—(O—R<sup>3</sup>)<sub>n</sub>—O—R<sup>4</sup> (但し、R<sup>1</sup>及び  
R<sup>4</sup>は水素原子又は炭素数1乃至10の炭化水素基若し  
くはアルキルカルボニル基を示し、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>は炭素数  
3以上のアルキレン基を示し、m及びnは0以上の整数  
を示す)で表される90重量%以上のポリアルキレンジ  
リコールと、炭素数が6乃至10の脂肪酸と、炭素数が  
6乃至13のアルコールとを含有する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 40°Cにおける動粘度が100乃至5000cStであり、一般式 $R^1 - (O - R^2)_m - (O - R^3)_n - O - R^4$ （但し、 $R^1$ 及び $R^4$ は水素原子又は炭素数1乃至10の炭化水素基若しくはアルキルカルボニル基を示し、 $R^2$ 及び $R^3$ は炭素数3以上のアルキレン基を示し、 $m$ 及び $n$ は0以上の整数を示す）で表されるポリアルキレングリコールを90重量%以上含有することを特徴とする抽伸加工用潤滑油。

【請求項2】 40°Cにおける動粘度が100乃至5000cStであり、一般式 $R^1 - (O - R^2)_m - (O - R^3)_n - O - R^4$ （但し、 $R^1$ 及び $R^4$ は水素原子又は炭素数1乃至10の炭化水素基若しくはアルキルカルボニル基を示し、 $R^2$ 及び $R^3$ は炭素数3以上のアルキレン基を示し、 $m$ 及び $n$ は0以上の整数を示す）で表される90重量%以上のポリアルキレングリコールと、炭素数が10以下である10重量%以下の脂肪酸とを含有することを特徴とする抽伸加工用潤滑油。

【請求項3】 アルコールを10重量%以下含有することを特徴とする請求項1又は2に記載の抽伸加工用潤滑油。

【請求項4】 前記 $m$ 及び $n$ はその総和が5以上であることを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1項に記載の抽伸加工用潤滑油。

【請求項5】 前記脂肪酸の炭素数は6以上であり、前記脂肪酸を0.5重量%以上含有することを特徴とする請求項2乃至4のいずれか1項に記載の抽伸加工用潤滑油。

【請求項6】 オクタン酸及び2-エチルヘキサン酸からなる群から選択された少なくとも1種の脂肪酸を含有することを特徴とする請求項5に記載の抽伸加工用潤滑油。

【請求項7】 前記アルコールの炭素数は6乃至13であり、前記アルコールを1重量%以上含有することを特徴とする請求項3乃至6のいずれか1項に記載の抽伸加工用潤滑油。

【請求項8】 オクチルアルコール及びノニルアルコールからなる群から選択された少なくとも1種のアルコールを含有することを特徴とする請求項7に記載の抽伸加工用潤滑油。

【請求項9】 コイル状に巻き取られる素管を抽伸加工する際にその内面に供給されることを特徴とする請求項1乃至8のいずれか1項に記載の抽伸加工用潤滑油。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はエアコン及び冷蔵庫等の熱交換器に使用される伝熱管を製造する際に行われる抽伸加工用の潤滑油に関し、特に、潤滑性及び焼付き防止性が高く抽伸加工後に施される焼鉈後の残油及びその他の炭化物等の残渣が低減された抽伸加工用潤滑油に

関する。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、エアコン及び冷蔵庫等の熱交換器に使用される伝熱管として、加工性、伝熱性、施工性及び耐食性の点から焼鉈により軟化された長尺のコイル状銅又は銅合金管（以下、銅及び銅合金を総称して銅という）が使用されている。

【0003】 このような銅管は、潤滑油を素管の内面及び外面に塗布してこの素管を抽伸加工した後コイル状に巻取り、500°C以上の還元性雰囲気又は不活性雰囲気中で加熱焼鉈することにより製造されている。抽伸加工の際に使用される潤滑油としては、従来、主として、ポリブテン等の炭化水素に脂肪酸エステル又は低級イソパラフィン等を添加して粘度を調節したものが使用されている。そして、素管に塗布された潤滑油は除去されずに焼鉈炉内で500°C程度まで加熱され熱分解される。

【0004】 しかし、工業生産されたポリブテン等の炭化水素は極めて広範囲の分子量分布を有しているので、500°C程度での数10分間程度の加熱では完全に熱分解しないことがある。また、常温では気化しない成分が生成されることもある。

【0005】 また、単に潤滑油が塗布された素管を加熱して潤滑油を除去しようとする場合、コイル長が極めて長い場合又は管径が極めて小さい場合には、気化した成分が完全に管外に排出されず、その後の冷却工程において気化した成分が凝縮し管内に残油及び残渣が生成することがある。

【0006】 近時、環境保全のためにフロンガスの使用が規制されており、冷凍空調機に使用される冷媒は従来のハイドロクロロフルオロカーボン（HFC）系冷媒及びクロロフルオロカーボン（CFC）系冷媒から塩素が含有されていないハイドロフルオロカーボン（HFC）系冷媒に変更されつつある。

【0007】 しかし、HFC系冷媒と炭化水素系の油との相溶性は低いので、銅管内に油分を残留させたままエアコン又は冷蔵庫等の熱交換器を製造すると、使用中に管内の残油が冷凍システムの運転に支障をきたしたり、汚染物によるキャピラリの目詰まり等の問題が生じることがある。

【0008】 更に、長尺コイル状の銅管内の残油は、エアコン又は冷蔵庫等の組立工程中のろう付け時にガスを発生させたり炭化物を生成して、ろう付け性の低下を引き起こす原因ともなっている。

【0009】 このため、銅管内の残油を低減する方法が検討されている。この残油低減方法としては、焼鉈炉に排気ポンプを連結して加熱焼鉈時に焼鉈炉内を排気することにより銅管内に発生したガスを吸引除去するか、又は真空室内において銅管内に発生したガスを吸引除去する方法が実施されている。また、加熱焼鉈時に窒素又は不活性ガスにより銅管内をバージする方法が提案されて

いる（特開平6-279860号公報、特開平7-197283号公報）。更に、この双方を組み合わせることにより管内面の残油を低減することができる公知である。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上述の残油低減方法においては、設備の改造が必要となると共に、連続的にガスを流入することによりコストが上昇し生産性が低下するという問題点がある。

【0011】更に、潤滑油の動粘度、粘度調整剤又は油性剤が適切に選択されていない場合には潤滑性が低下してフローティングプラグ等の工具に焼付きが生じことがある。

【0012】本発明はかかる問題点に鑑みてなされたものであって、低コストで銅管内の残油を低減して銅管のろう付け性を向上させることができると共に、抽伸加工時の潤滑性を向上させて工具の焼付きを防止することができる抽伸加工用潤滑油を提供することを目的とする。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明に係る抽伸加工用潤滑油は、40°Cにおける動粘度が100乃至5000 cStであり、下記一般式（1）

【0014】

【化1】  $R^1 - (O - R^2)_m - (O - R^3)_n - O - R^4$

【0015】（但し、R<sup>1</sup>及びR<sup>4</sup>は水素原子又は炭素数1乃至10の炭化水素基若しくはアルキルカルボニル基を示し、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>は炭素数3以上のアルキレン基を示し、m及びnは0以上の整数を示す）で表されるポリアルキレングリコールを90重量%以上含有することを特徴とする。

【0016】本発明においては、抽伸加工用潤滑油に40°Cにおける動粘度が100乃至5000 cStの適切なポリアルキレングリコールが90重量%以上含有されているので、抽伸加工時の潤滑性が高いと共に、容易に焼鈍後の残油を低減することができろう付け性を向上させることができる。また、設備の改造は不要であるので、コストの増加を防止することができる。

【0017】本発明に係る他の抽伸加工用潤滑油は、40°Cにおける動粘度が100乃至5000 cStであり、一般式（1）で表される90重量%以上のポリアルキレングリコールと、炭素数が10以下である10重量%以下の脂肪酸とを含有することを特徴とする。

【0018】本発明においては、更に炭素数が10以下の脂肪酸が含有されているので、更に一層油性が向上する。

【0019】前記抽伸加工用潤滑油は、更にアルコールを10重量%以下含有することが望ましい。アルコールにより潤滑油の油性が向上し、抽伸加工時の摩擦抵抗が低減される。

【0020】なお、前記m及びnの総和を5以上とする

ことにより、ポリアルキレングリコールの動粘度を容易に100 cSt以上にすることが可能となる。

【0021】また、前記脂肪酸の炭素数は6以上であり、前記脂肪酸を0.5重量%以上含有することが望ましい。このような脂肪酸としては、例えば、オクタン酸及び2-エチルヘキサン酸が挙げられる。

【0022】前記アルコールの炭素数は6乃至13であり、前記アルコールを1重量%以上含有することが望ましい。このようなアルコールとしては、例えば、オクチルアルコール及びノニルアルコールが挙げられる。

【0023】なお、コイル状に巻き取られる素管を抽伸加工する際にその内面に前記抽伸加工用潤滑油を供給してもよい。

【0024】

【発明の実施の形態】本願発明者等が前記課題を解決するため、銳意実験研究を重ねた結果、40°Cにおける動粘度が100乃至5000 cStであり、適切な一般式（1）のポリアルキレングリコールを潤滑油として使用することにより、銅管内の残油を低減すると共に、極めて良好な潤滑性を得ることができることを見い出した。

【0025】以下、本発明に係る抽伸加工用潤滑油について詳細に説明する。

【0026】ポリアルキレングリコール（PAG）の一般式：一般式（1）

ポリアルキレングリコール（PAG）中のエーテル結合の結合エネルギーは78乃至80 kcal/molと低いため、焼鈍時にPAGは分解されやすい。更に、分解後の分子量は従来使用されているポリブテン系潤滑油のそれよりも比較的大きいものの、ブロック状のモノマーに分解された後に管外に放出されるので、再重合しにくい。一方、従来使用されているポリブテン系潤滑油は焼鈍時に不規則的に熱分解され、低分子化された大部分の分子は気化するが、他の分子は縮重合反応により高分子化されその沸点が上昇する。このため、管内面に付着して残留したり熱により炭化してしまうものがある。

【0027】一般式（1）中、R<sup>1</sup>及びR<sup>4</sup>としては、水素原子並びに炭素数が1乃至10の炭化水素基及びアルキルカルボニル基が挙げられ、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>は、炭素数が3以上のアルキレン基である。R<sup>2</sup>又はR<sup>3</sup>の炭素数が2であると、焼鈍後に残留炭素等の残渣が多くなるため、黒色の変色部分が発生してろう付け性及び熱交換器の性能の低下が引き起こされる。また、潤滑油の吸湿性が高く加水分解を起こしやすいため、低級カルボン酸が生成されることがある。この低級カルボン酸は、銅管に付着して蟻の巣状の腐食を生じさせてるので、短期間で銅管にリークが生じことがある。現状においては、R<sup>2</sup>又はR<sup>3</sup>の炭素数が5以上のものを工業的に入手することは困難であるが、炭素数が5以上であっても同様の効果が得られる。従って、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>の炭素数は3以上とする。

【0028】なお、R<sup>1</sup>及びR<sup>4</sup>は相互に同一であってもよく、相違していてもよい。同様に、R<sup>2</sup>及びR<sup>3</sup>は相互に同一であってもよく、相違していてもよい。

【0029】動粘度：40℃で100乃至5000cSt

40℃におけるPAGの動粘度が100cSt未満であると、生産性を低下させないために1回の工程での加工率（減面率）を20%以上、抽伸速度を10m/秒以上とし、ブルブロックにより工具としてダイス及びフローティングプラグを使用して抽伸加工を行った場合、フローティングプラグの焼付きが著しく発生する。フローティングプラグと素管との間の摩擦抵抗が増加して抽伸破断が発生することもあり製品歩留まりが低下する。一方、動粘度が5000cStを超えると、管内面に付着する油膜の厚さが必要以上に厚くなり、焼鈍後に残留する油分が増加する。更に、潤滑油を管内面に供給する場合に高出力のポンプが必要となり、設備改造が必要となることがある。従って、動粘度は100乃至5000cStとする。

【0030】但し、一般式（1）中の整数値（m+n）に関して、各種のアルキレングリコールについて調査した結果、(m+n)が4以下であると、40℃で100cSt以上の動粘度を得にくかった。従って、整数値(m+n)は5以上であることが望ましい。

【0031】ポリアルキレングリコール：90重量%以上

潤滑油中のポリアルキレングリコール（PAG）の含有量が90%未満であると、添加剤成分の残油量が多くなり、良好なろう付け性が得られない。従って、ポリアルキレングリコールの含有量は90重量%以上とする。

【0032】なお、潤滑油にはアルコール若しくは炭素数が10以下の脂肪酸又はこれらの双方が含有されていることが望ましい。PAGのみからなる潤滑油を使用して抽伸加工を行う場合、その抽伸加工率によっては、加工時の昇温により潤滑油の油性が小さくなることがある。油性が著しく低下した場合には、フローティングプラグと抽伸加工される素管との間の摩擦抵抗が高くなり、抽伸加工中に破断が生じることもある。脂肪酸及びアルコールは高温下においても適度の油性を有しており、これが潤滑油に含有されることにより、加工時の昇温による摩擦抵抗の上昇が抑制されると共に、粘度が低下する。このため、良好な潤滑性を保持したまま好ましい抽伸加工率で加工を行うことができる。但し、脂肪酸の炭素数が11以上であると、潤滑油の沸点が高くなるため、焼鈍後に管内で凝縮して残油成分として残留する。従って、脂肪酸の炭素数は10以下とする。

【0033】脂肪酸の炭素数：6以上

脂肪酸の炭素数が5以下であると、銅を腐食しやすくなると共に、臭気及び毒性等の問題が生じることがある。従って、脂肪酸の炭素数は6以上であることが望まし

い。

【0034】脂肪酸：0.5乃至10重量%

潤滑油中の脂肪酸の含有量が0.5重量%未満であると、油性を向上させる効果が十分ではない。一方、脂肪酸の含有量が10重量%を超えると、油性がそれ以上向上しないため無駄となると共に、熱分解性に優れたPAGの含有量が不足する。また、焼鈍後に残油成分として残留する確率が高くなる。従って、脂肪酸の含有量は0.5乃至10重量%であることが望ましい。

【0035】このような脂肪酸としては、炭素数が8のオクタン酸及び2-エチルヘキサン酸が安全性、粘度調整性及び油性の点で望ましい。

【0036】アルコールの炭素数：6乃至13

アルコールの炭素数が6未満であると、PAGの粘度を低下させるのみで、油性を向上させる効果が低いと共に、引火点が低下するため危険性が高くなる。一方、アルコールの炭素数が13を超えると、常温においても固形化しやすくなると共に、低温で粘度が変化しやすいため、取扱いが困難となる。従って、アルコールの炭素数は6乃至13であることが望ましい。

【0037】アルコール：1乃至10重量%

潤滑油中のアルコールの含有量が1重量%未満であると、油性を向上させる効果が十分ではない。一方、アルコールの含有量が10重量%を超えると、油性がそれ以上向上しないため無駄となると共に、PAGの含有量が不足する。更に、アルコールは気化しやすいものの、焼鈍後に残油成分として残留する確率が高くなる。従って、アルコールの含有量は1乃至10重量%であることが望ましい。

【0038】このようなアルコールとしては、炭素数が8のオクチルアルコール及び炭素数が9のノニルアルコールが安全性、粘度調整性及び油性の点で望ましい。

【0039】なお、アルコール及び脂肪酸の双方が含有されている場合には、それらの含有量は夫々1重量%、0.5重量%以上であることが望ましい。但し、総量で10重量%を超えると、焼鈍後に残油成分として残留しやすくなると共に、PAGの含有量が90重量%未満となってしまう。

【0040】

【実施例】以下、本発明の実施例について、その特許請求の範囲から外れる比較例と比較して具体的に説明する。

【0041】先ず、リン脱酸銅の鋳塊を熱間押出し冷間圧延した後、ブルブロックにより下記表1に示すPAG、下記表2に示すアルコール及び下記表3に示す脂肪酸を下記表4乃至9に示すように含有する潤滑油を管内面に付着して管径が9.52mm、肉厚が0.41mmの銅管を抽伸加工した。

【0042】

【表1】

記号	種類
P 1	プロピレンオキサイド付加物
P 2	ブチレンオキサイド付加物

【0043】

【表2】

記号	種類
A 1	オクチルアルコール
A 2	ノニルアルコール
A 3	ブチルアルコール

【0044】

【表3】

10 【0045】

【表4】

記号	種類
S 1	オクタン酸
S 2	2-エチルヘキサン酸
S 3	ラウリン酸

No.	記号	ポリアルキレングリコール					
		R <sup>1</sup>	R <sup>4</sup>	含有量 (重量%)	m+n	動粘度 (c S t)	
実 施 例	1	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	12	120
	2	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	80	800
	3	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	30	3000
	4	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	16	200
	5	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	65	850
	6	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	280	3500
	7	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99	80	800
	8	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	80	800
	9	P 2	H	CH <sub>3</sub>	99	80	1000
	10	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	80	1000
例	11	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99	120	1200
	12	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	120	1200
	13	P 2	H	CH <sub>3</sub>	99	105	1300
	14	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	105	1300
	15	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.5	50	500
	16	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	50	500
	17	P 2	H	CH <sub>3</sub>	99.5	48	600
	18	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	48	600
	19	P 1	H	CH <sub>3</sub>	98.5	380	3800
	20	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	380	3800

【0046】

【表5】

No.	記号	ポリアルキレンジリコール					
		R <sup>1</sup>	R <sup>4</sup>	含有量 (重量%)	m+n	動粘度 (c S t)	
実 施 例	21	P 2	H	CH <sub>3</sub>	98.5	320	4000
	22	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	320	4000
	23	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	400	4900
	24	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	400	4900
	25	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.5	320	3200
	26	P 2	H	CH <sub>3</sub>	99.5	240	3000
	27	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.8	380	3800
	28	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.3	380	3800
	29	P 1	H	CH <sub>3</sub>	95	380	3800

【0047】

【表6】

No.	記号	ポアルキレンジリコール					
		R <sup>1</sup>	R <sup>4</sup>	含有量 (重量%)	m+n	動粘度 (c S t)	
比 較 例	30	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	8	80
	31	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	550	5500
	32	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	6	80
	33	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	440	5500
	34	P 1	H	CH <sub>3</sub>	87	80	800
	35	P 2	H	CH <sub>3</sub>	87	72	900
	36	P 1	H	CH <sub>3</sub>	88	100	1000
	37	P 1	H	CH <sub>3</sub>	80	200	2000
	38	P 1	H	CH <sub>3</sub>	85	150	1500
	39	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.5	220	2200
	40	P 1	H	CH <sub>3</sub>	95	220	2200
	41	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	220	2200

【0048】

【表7】

No.	アルコール		脂肪酸	
	記号	含有量 (重量%)	記号	含有量 (重量%)
1		なし		なし
2		なし		なし
3		なし		なし
4		なし		なし
5		なし		なし
6		なし		なし
7	A1	1		なし
8	A1	10		なし
9	A1	1		なし
10	A1	10		なし
11	A2	1		なし
12	A2	10		なし
13	A2	1		なし
14	A2	10		なし
15		なし	S1	0.5
16		なし	S1	10
17		なし	S2	0.5
18		なし	S2	10
19	A2	1	S1	0.5
20	A2	5	S1	5

【0049】

【表8】

No.	アルコール		脂肪酸	
	記号	含有量 (重量%)	記号	含有量 (重量%)
21	A2	1	S1	0.5
22	A2	5	S1	5
23	A2	1	S1	9
24	A2	9	S1	1
25	A1	0.5		なし
26	A2	0.5		なし
27		なし	S1	0.2
28	A2	0.5	S1	0.2
29	A3	5		なし

【0050】

【表9】

No.	アルコール		脂肪酸	
	記号	含有量 (重量%)	記号	含有量 (重量%)
30	30			なし
31				なし
32				なし
33	比			なし
34	33			なし
35	較			なし
36	34	A1	13	なし
37	35	A2	13	S1
38	例			12
39	37	A2	10	S1
40	38	A3	15	10
41				なし
				S3
				0.5
				S3
				5
				S3
				10

【0051】そして、抽伸加工によるプラグの焼付きの有無を調査した。この調査において、延べ5kmの長さの素管を抽伸加工した後にも焼付きが生じていないものを○、延べ3kmの長さの素管を抽伸加工した後に焼付きが生じていないものを△、延べ3kmの長さの素管を抽伸加工する前に焼付きが生じたものを×とした。

【0052】次いで、抽伸加工された長さが2000mの銅管をコイル状に巻き取った。管内をDXガスを使用して流速20リットル/分で30分間パージした後、光輝焼鈍炉によりコイル状に巻き取った銅管を焼鈍した。

なお、DXガスとは、窒素を主成分としてCO、CO<sub>2</sub>及びH<sub>2</sub>を含有する還元性ガスである。光輝焼鈍炉内では、最低温度部位が450℃以上で10分間以上保持されるように、雰囲気ガスを600℃に設定して約25分間加熱焼鈍した後、銅管を冷却し、管内部に残留するガスをドライエアにより置換した後、コイル状銅管を解体して種々の部位における残油の重量を測定した。

【0053】残油の重量の測定方法は次のとおりである。コイル状の銅管の15ヶ所から長さが10mの測定用の管を切断し、この内面をHCF141bで洗浄して残油を抽出し、これを加熱することにより溶剤を気化させて残油の重量を測定しブランクを差し引いて1mあたりの重量に換算した。

【0054】また、銅管から試験用管を切断しこれを拡管した後、拡管された端部に他の銅管を差し込み、線径が1.6mmのリン銅ろう(BCuP-2)を使用しプロパン燃焼ガスで6秒間加熱することによりろう付けを行った。そして、管内に30kg/cm<sup>2</sup>の圧力でプロパンガスを充填したときのガス漏れの有無を評価した。ガス漏れが生じないものを○、ガス漏れが生じたものを×として評価した。これらの結果を下記表10乃至12に

示す。なお、最大残油重量とは、切断された15個の管のうち最も残油が多かった管の1mあたりの残油重量を示し、平均残油重量とは、15個の管の平均の1mあた

りの残油重量を示す。

【0055】

【表10】

	No.	最大残油重量 (mg/m)	平均残油重量 (mg/m)	プラグの 焼付き	ろう付け性
実 施 例	1	0.42	0.10	△	○
	2	0.45	0.10	△	○
	3	0.49	0.10	△	○
	4	0.35	0.07	△	○
	5	0.41	0.09	△	○
	6	0.45	0.10	△	○
	7	0.25	0.05	○	○
	8	0.31	0.06	○	○
	9	0.35	0.07	○	○
	10	0.43	0.10	○	○
	11	0.41	0.10	○	○
	12	0.39	0.09	○	○
	13	0.37	0.09	○	○
	14	0.32	0.08	○	○
	15	0.32	0.07	○	○
	16	0.31	0.07	○	○
	17	0.32	0.06	○	○
	18	0.42	0.10	○	○
	19	0.45	0.10	○	○
	20	0.49	0.11	○	○

【0056】

【表11】

	No.	最大残油重量 (mg/m)	平均残油重量 (mg/m)	プラグの 焼付き	ろう付け性
実 施 例	21	0.35	0.08	○	○
	22	0.41	0.10	○	○
	23	0.40	0.10	○	○
	24	0.40	0.10	○	○
	25	0.39	0.09	△	○
	26	0.33	0.05	△	○
	27	0.37	0.08	△	○
	28	0.44	0.12	△	○
	29	0.32	0.06	△	○

【0057】

【表12】

	No.	最大残油重量 (mg/m)	平均残油重量 (mg/m)	プラグの 焼付き	ろう付け性
比 較 例	30	0.40	0.10	×	○
	31	0.90	0.40	○	×
	32	0.41	0.10	×	○
	33	0.85	0.40	○	×
	34	0.70	0.20	○	×
	35	0.73	0.21	○	×
	36	0.80	0.41	○	×
	37	1.20	0.87	○	×
	38	0.72	0.21	△	×
	39	0.78	0.39	○	×

【0058】上記表10乃至12に示すように、実施例1乃至29においては、適切なPAGを含有する潤滑油を使用して素管の抽伸加工を行ったので、残油重量が低く、特に、最大残油重量が0.50mg/m以下と極めて低く、プラグの焼付きが抑制され、ろう付け性は良好であった。また、実施例7乃至24においては、適切なアルコール及び脂肪酸が含有されているので、焼付きが生じるまでのプラグの寿命が極めて長かった。

【0059】一方、比較例30及び32においては、PAGの動粘度が本発明範囲の下限未満であるので、抽伸加工時にプラグの焼付きが生じた。

【0060】比較例31及び33においては、PAGの動粘度が本発明範囲の上限を超えていたので、抽伸加工後に残留する油膜が厚くなり、焼鈍後の残油重量が高く、ろう付け性が不良であった。

【0061】比較例34乃至37においては、PAGの含有量が本発明範囲の下限未満であると共に、アルコール及び脂肪酸の総量が高いので、焼鈍後の残油重量が高く、ろう付け性が不良であった。

【0062】比較例38においては、PAGの含有量が本発明範囲の下限未満であると共に、アルコールの炭素数が少ないので、十分な油性が得られず潤滑性が低く、

延べ3kmの長さを抽伸加工した後にプラグに焼付きが生じた。また、焼鈍後の残油重量が高く、ろう付け性が不良であった。

【0063】比較例39乃至41においては、含有されている脂肪酸の炭素数が本発明範囲の上限を超えていたので、焼鈍後の残油重量が高く、ろう付け性が不良であった。

#### 【0064】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明によれば、潤滑油に40°Cでの動粘度が100乃至5000cStの適切なポリアルキレンジリコールが90重量%以上含有されているので、抽伸加工時の潤滑性が高いと共に、容易に焼鈍後の残油を低減することができ、ろう付け性を向上させることができる。また、大型設備の導入及び連続したガスの供給は不要であるので、コストの増加を防止することができる。また、潤滑油にアルコール及び/又は炭素数が10以下の脂肪酸を含有させることにより、油性を向上させて抽伸加工時の摩擦抵抗をより低減することができる。更に、アルコール及び/又は脂肪酸の炭素数及び含有量を適切なものに規定することにより、潤滑性をより向上させると共に、残油をより低減することができる。

フロントページの続き

(51) Int.C1.<sup>6</sup>

識別記号

F I

C10N 30:02

30:04

40:24

(72) 発明者 山本 哲也

兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号  
株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-193390

(43)Date of publication of application : 21.07.1999

(51)Int.Cl.

C10M107/22  
C10M145/04  
C10M145/06  
C10M169/04  
// C10N 20:00  
C10N 30:02  
C10N 30:04  
C10N 40:24

(21)Application number : 10-016021

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 28.01.1998

(72)Inventor : TSUCHIYA AKINORI

SAEKI CHIKARA

SAEKI KOZO

YAMAMOTO TETSUYA

(30)Priority

Priority number : 09302210 Priority date : 04.11.1997 Priority country : JP

## (54) LUBRICATING OIL FOR REDUCTION PROCESSING

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a lubricating oil for reduction processing which can decrease the amt. of oil remaining in a copper pipe at a low cost to thereby facilitate the brazing of the copper pipe and which has an improved lubricity, capable of preventing a tool from seizure.

**SOLUTION:** This lubricating oil has a kinematic viscosity of 100–5,000 cSt at 40° C and contains 90 wt.% or higher polyalkylene glycol of the formula: R(O–R<sub>2</sub>)<sub>m</sub>–(O–R<sub>3</sub>)<sub>n</sub>–O–R<sub>4</sub> (R<sub>1</sub> and R<sub>4</sub> are each H, a 1–10C hydrocarbon group, or alkylcarbonyl; R<sub>2</sub> and R<sub>3</sub> are each 3C or higher alkylene; and m and n are each an integer of 0 or higher), a 6–10C fatty acid, and a 6–13C alcohol.

## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

### [Claim(s)]

[Claim 1]Kinetic viscosity at 40 \*\* is 100 thru/or 5000cSt, and General formula  $R^1-(O-R^2)_m-(O-R^3)_n-O-R^4$ . (However,  $R^1$  and  $R^4$  a hydrocarbon group or an alkyl carbonyl group of a hydrogen atom or the carbon numbers 1 thru/or 10) [ show and ]  $R^2$  and  $R^3$  show a with a carbon numbers of three or more alkylene group -- m and n -- zero or more integers -- being shown -- a lubricating oil for drawing processing containing polyalkylene glycol expressed 90% of the weight or more.

[Claim 2]Kinetic viscosity at 40 \*\* is 100 thru/or 5000cSt, and General formula  $R^1-(O-R^2)_m-(O-R^3)_n-O-R^4$ . (However,  $R^1$  and  $R^4$  a hydrocarbon group or an alkyl carbonyl group of a hydrogen atom or the carbon numbers 1 thru/or 10) [ show and ]  $R^2$  and  $R^3$  show a with a carbon numbers of three or more alkylene group -- m and n -- zero or more integers -- being shown -- a lubricating oil for drawing processing containing 90% of the weight or more of polyalkylene glycol expressed, and 10 or less % of the weight of fatty acid whose carbon number is ten or less.

[Claim 3]The lubricating oil for drawing processing according to claim 1 or 2 containing alcohol 10 or less % of the weight.

[Claim 4]A lubricating oil for drawing processing given in any 1 paragraph of claims 1 thru/or 3 for which said m and n are characterized by the total being five or more.

[Claim 5]A lubricating oil for drawing processing given in any 1 paragraph of claims 2 thru/or 4, wherein a carbon number of said fatty acid is six or more and contains said fatty acid 0.5% of the weight or more.

[Claim 6]The lubricating oil for drawing processing containing at least one sort of fatty acid chosen from a group which consists of octanoic acid and 2-ethylhexanoic acid according to claim 5.

[Claim 7]A lubricating oil for drawing processing given in any 1 paragraph of claims 3 thru/or 6, wherein carbon numbers of said alcohol are 6 thru/or 13 and contain said alcohol 1% of the weight or more.

[Claim 8]The lubricating oil for drawing processing containing at least one sort of alcohol chosen from a group which consists of octyl alcohol and nonyl alcohol according to claim 7.

[Claim 9]A lubricating oil for drawing processing given in any 1 paragraph of claims 1 thru/or 8 supplying the inner surface when carrying out drawing processing of the element tube rolled round by coiled form.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

#### [0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the lubricating oil for drawing processing in which residue, such as bottom oil after annealing to which lubricity and printing tightness are especially given after drawing processing highly, and other carbide, was reduced about the lubricating oil for drawing processing performed when manufacturing the heat exchanger tube used for heat exchangers, such as an air-conditioner and a refrigerator.

#### [0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, long coiled copper or copper alloy tube (henceforth [ copper and a copper alloy are named generically and ] copper) softened by annealing from processability, heat-conducting characteristic, workability, and a corrosion-resistant point is used as a heat exchanger tube used for heat exchangers, such as an air-conditioner and a refrigerator.

[0003] After such a copper pipe applies a lubricating oil to the inner surface and outside surface of an element tube and carries out drawing processing of this element tube, it is rolled round to a coiled form, and it is manufactured by carrying out heating annealing in a not less than 500 \*\* reducing atmosphere or an inert atmosphere. What added fatty acid ester or low-grade isoparaffin to hydrocarbon, such as polybutene, and mainly adjusted viscosity conventionally as a lubricating oil used in the case of drawing processing is used. And the pyrolysis of the lubricating oil applied to the element tube is heated and carried out to about 500 \*\* in an annealing furnace, without being removed.

[0004] However, since hydrocarbon, such as polybutene by which industrial production was carried out, has very wide range molecular weight distribution, in heating for about several 10 minutes in about 500 \*\*, a pyrolysis may not be carried out thoroughly. The ingredient which is not evaporated may be generated at ordinary temperature.

[0005] When the element tube to which the lubricating oil was only applied tends to be heated and it is going to remove a lubricating oil, when coil length is very long, or

when a tube diameter is very small, The evaporated ingredient may not be thoroughly discharged out of a pipe, but the ingredient evaporated in the subsequent cooling process may condense, and bottom oil and residue may generate in a pipe.

[0006]Use of chlorofluocarbon is recently regulated for environmental protection, The refrigerant used for a frozen air conditioner is being changed into the hydrofluorocarbon (HFC) system refrigerant which chlorine does not contain from a conventional hydrochlorofluorocarbon (HCFC) system refrigerant and chlorofluorocarbon (CFC) system refrigerant.

[0007]However, when heat exchangers, such as an air-conditioner or a refrigerator, are manufactured while oil had been made to remain in a copper pipe since the compatibility of a HFC system refrigerant and the oil of a hydrocarbon system is low, while in use, the bottom oil in a pipe may interfere with operation of a refrigeration system, or problems, such as blinding of the capillary by a contaminant, may arise.

[0008]The bottom oil in the copper pipe of a long coiled form is cursed among the assembly process of an air-conditioner or a freezer, and has also become a cause which sometimes generates gas, or sometimes generates carbide and causes the fall of soldering nature to it.

[0009]For this reason, the method of reducing the bottom oil in a copper pipe is examined. The method of carrying out suction removal of the gas which carried out suction removal of the gas emitted in the copper pipe, or was emitted in the copper pipe in the vacuum chamber is enforced by connecting an exhaust air pump with an annealing furnace, and exhausting the inside of an annealing furnace as this bottom oil reducing method, at the time of heating annealing. The method of purging the inside of a copper pipe with nitrogen or inactive gas at the time of heating annealing is proposed (JP,6-279860,A, JP,7-197283,A). It is publicly known by combining these both sides that the bottom oil of a tube interior can be reduced.

[0010]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]However, in an above-mentioned bottom oil reducing method, reconstruction of equipment is needed, and by flowing gas continuously, cost goes up and there is a problem that productivity falls.

[0011]When the kinetic viscosity, the viscosity controlling agent, or the oily agent of the lubricating oil is not chosen appropriately, lubricity may fall and printing may arise in tools, such as a floating plug.

[0012]This invention was made in view of this problem, and is \*\*\*\*. it can be come out of the purpose, it can reduce the bottom oil in a copper pipe, and can raise the soldering nature of a copper pipe, and it is providing the lubricating oil for drawing processing which can raise the lubricity at the time of drawing processing, and can prevent printing of a tool.

[0013]

[Means for Solving the Problem]Kinetic viscosity at 40 \*\* is 100 thru/or 5000cSt, and a lubricating oil for drawing processing concerning this invention is a following general formula (1).

[0014]

[Formula 1]  $R^1 - (O - R^2)_m - (O - R^3)_n - O - R^4$  [0015] (However,  $R^1$  and  $R^4$  the hydrocarbon group or alkyl carbonyl group of a hydrogen atom or the carbon numbers 1 thru/or 10) [ show and ]  $R^2$  and  $R^3$  show a with a carbon numbers of three or more alkylene group -- m and n -- zero or more integers -- being shown -- the polyalkylene glycol expressed is contained 90% of the weight or more

[0016] In this invention, since polyalkylene glycol with kinetic viscosity suitable for 100 thru/or 5000cSt to the lubricating oil for drawing processing at 40 \*\* contains 90% of the weight or more, The lubricity at the time of drawing processing is high, and the bottom oil after annealing can be reduced easily and soldering nature can be raised. Since reconstruction of equipment is unnecessary, an increase in cost can be prevented.

[0017] Other lubricating oils for drawing processing concerning this invention contain 90% of the weight or more of polyalkylene glycol which kinetic viscosity at 40 \*\* is 100 thru/or 5000cSt, and is expressed with a general formula (1), and 10 or less % of the weight of fatty acid whose carbon number is ten or less.

[0018] In this invention, since fatty acid whose carbon number is ten or less further contains, oiliness improves further further.

[0019] As for said lubricating oil for drawing processing, it is desirable to contain alcohol 10 or less % of the weight further. The oiliness of a lubricating oil improves with alcohol and frictional resistance at the time of drawing processing is reduced.

[0020] It becomes possible by making said total of m and n or more into five to set kinetic viscosity of polyalkylene glycol to 100 or more cSt easily.

[0021] A carbon number of said fatty acid is six or more, and it is desirable to contain said fatty acid 0.5% of the weight or more. As such fatty acid, octanoic acid and 2-ethylhexanoic acid are mentioned, for example.

[0022] Carbon numbers of said alcohol are 6 thru/or 13, and it is desirable to contain said alcohol 1% of the weight or more. As such alcohol, octyl alcohol and nonyl alcohol are mentioned, for example.

[0023] When carrying out drawing processing of the element tube rolled round by coiled form, said lubricating oil for drawing processing may be supplied to the inner surface.

[0024]

[Embodiment of the Invention] By the kinetic viscosity at 40 \*\* being 100 thru/or 5000cSt, and using the polyalkylene glycol of a suitable general formula (1) as a lubricating oil, as a result of repeating an experimental study wholeheartedly, in order that an invention-in-this-application person etc. may solve said SUBJECT, The bottom oil in a copper pipe was reduced, and it found out that very good lubricity could be obtained.

[0025] Hereafter, the lubricating oil for drawing processing concerning this invention is explained in detail.

[0026]The general formula of polyalkylene glycol (PAG): Since the binding energy of the ether bond in general formula (1) polyalkylene glycol (PAG) is low in mol and 78 thru/or 80 kcal /, PAG is easy to be decomposed at the time of annealing. Since it is emitted out of a pipe after being decomposed into the monomer of block like shape although the molecular weight after decomposition is comparatively larger than that of the polybutene system lubricating oil currently used conventionally, it is [ re-] hard to polymerize. On the other hand, the pyrolysis of the polybutene system lubricating oil currently used conventionally is carried out in irregular at the time of annealing, although the molecule of most by which depolymerize was carried out is evaporated, other molecules are polymers-ized by the polycondensation reaction and the boiling point goes up. For this reason, there are some which adhere to a tube interior, and remain or are carbonized with heat.

[0027]As  $R^1$  and  $R^4$ , the hydrocarbon group and alkyl carbonyl group of 1 thru/or 10 are mentioned for a hydrogen atom and a carbon number among a general formula (1), and  $R^2$  and  $R^3$  are alkylene groups whose carbon numbers are three or more. Since residue, such as carbon residue, increases after annealing that the carbon number of  $R^2$  or  $R^3$  is 2, a black discoloration portion occurs and the fall of the performance of soldering nature and a heat exchanger is caused. Since the hygroscopicity of a lubricating oil tends to cause hydrolysis highly, low-grade carboxylic acid may be generated. Since this low-grade carboxylic acid adheres to a copper pipe and produces the corrosion of the shape of a nest of an ant, leak may produce it in a copper pipe for a short period of time. In the actual condition,

although it is difficult for that whose carbon number of  $R^2$  or  $R^3$  is five or more to come to hand industrially, even if a carbon number is five or more, the same effect is acquired. Therefore, the carbon number of  $R^2$  and  $R^3$  is made or more into three.

[0028] $R^1$  and  $R^4$  may be the same to mutual, and may be different from it. Similarly,  $R^2$  and  $R^3$  may be the same to mutual, and may be different from it.

[0029]Kinetic viscosity : if the kinetic viscosity of PAG in 100 thru/or 5000cSt40 \*\* is less than 100 cSt at 40 \*\*, In order not to reduce productivity, when working ratio (reduction of area) in 1 time of a process is carried out not less than 20%, drawing speed is carried out in not less than 10 m/second and a bull block performs drawing processing as a tool using a dice and FUROTINGUPURAGU, printing of a floating plug occurs remarkably. Since the frictional resistance between a floating plug and an element tube increases and a drawing fracture occurs, a product yield falls. On the other hand, if kinetic viscosity exceeds 5000cSt, the thickness of the oil film adhering to a tube interior will become thick more than needed, and the oil which remains after annealing will increase. When supplying a lubricating oil to a tube interior, a high-output pump may be needed, and equipment reconstruction may be needed. Therefore, kinetic viscosity is set to 100 thru/or 5000cSt.

[0030]However, as a result of investigating various kinds of alkylene glycol about the

integral value (m+n) in a general formula (1), it was it that (m+n) was four or less hard to obtain the kinetic viscosity of 100 or more cSt at 40 \*\*. Therefore, as for an integral value (m+n), it is desirable that it is five or more.

[0031] Polyalkylene glycol: The residual oil quantity of an additive component increases that the content of the polyalkylene glycol (PAG) in a 90-% of the weight or more lubricating oil is less than 90%, and good soldering nature is not obtained.

Therefore, the content of polyalkylene glycol may be 90 % of the weight or more.

[0032] It is desirable for fatty acid alcohol or whose carbon numbers are ten or less, or these both sides to contain to the lubricating oil. When performing drawing processing using the lubricating oil which consists only of PAG, depending on the drawing working ratio, the oiliness of a lubricating oil may become small according to the temperature up at the time of processing. When oiliness falls remarkably, the frictional resistance between the element tubes by which drawing processing is carried out with a floating plug may become high, and a fracture may arise during drawing processing. Under the elevated temperature, fatty acid and alcohol have moderate oiliness, and when this contains to a lubricating oil, the rise of the frictional resistance by the temperature up at the time of processing is controlled, and viscosity falls. For this reason, it can be processed by desirable drawing working ratio, with good lubricity held. However, since the boiling point of a lubricating oil becomes it high that the carbon number of fatty acid is 11 or more, after annealing, it condenses within a pipe and remains as a bottom oil ingredient. Therefore, the carbon number of fatty acid is made or less into ten.

[0033] The carbon number of fatty acid: If the carbon number of or more 6 fatty acid is five or less, it will become easy to corrode copper, and problems, such as a bad smell and toxicity, may arise. Therefore, as for the carbon number of fatty acid, it is desirable that it is six or more.

[0034] Fatty acid: The effect of raising oiliness as the content of fatty acid in a 0.5 thru/or 10-% of the weight lubricating oil is less than 0.5 % of the weight is not enough. On the other hand, if the content of fatty acid exceeds 10 % of the weight, since oiliness does not improve any more, it will become useless, and the content of PAG excellent in pyrolysis nature runs short. The probability which remains as a bottom oil ingredient after annealing becomes high. Therefore, as for the content of fatty acid, it is desirable that it is 0.5 thru/or 10 % of the weight.

[0035] As such fatty acid, the octanoic acid and 2-ethylhexanoic acid of 8 have a desirable carbon number safety, viscosity control nature, and in respect of oiliness.

[0036] The carbon number of alcohol: The effect of raising oiliness only by reducing the viscosity of PAG as the carbon number of 6 thru/or 13 alcohol is less than six is low, and since the flash point falls, danger becomes high. On the other hand, since it will become easy to solidify also in ordinary temperature and viscosity will change easily at low temperature if the carbon number of alcohol exceeds 13, handling becomes difficult. Therefore, as for the carbon number of alcohol, it is desirable that it is 6 thru/or 13.

[0037] Alcohol: The effect of raising oiliness as the content of alcohol in a 1 thru/or

10-% of the weight lubricating oil is less than 1 % of the weight is not enough. On the other hand, if the content of alcohol exceeds 10 % of the weight, since oiliness does not improve any more, it will become useless, and the content of PAG runs short. Although it is easy to evaporate alcohol, the probability which remains as a bottom oil ingredient after annealing becomes high. Therefore, as for the content of alcohol, it is desirable that it is 1 thru/or 10 % of the weight.

[0038]As such alcohol, nonyl alcohol of 9 has [ a carbon number ] desirable octyl alcohol and carbon number of 8 safety, viscosity control nature, and in respect of oiliness.

[0039]As for those content, when the both sides of alcohol and fatty acid contain, it is desirable respectively that they are 1 % of the weight and 0.5 % of the weight or more. However, if it exceeds 10 % of the weight in a total amount, it will become easy to remain after annealing as a bottom oil ingredient, and the content of PAG will be less than 90 % of the weight.

[0040]

[Example]Hereafter, the example of this invention is concretely described as compared with the comparative example from which it separates from the claim.

[0041]First, PAG shown in the following table 1 by a bull block after carrying out hot-extrusion cold rolling of the ingot of Lynn deoxidized copper, The lubricating oil which contains the fatty acid shown in alcohol and the following table 3 showing in the following table 2 as shown in the following tables 4 thru/or 9 was adhered to the tube interior, and drawing processing of the copper pipe whose tube diameter is 9.52 mm and whose thickness is 0.41 mm was carried out.

[0042]

[Table 1]

記号	種類
P 1	プロピレンオキサイド付加物
P 2	ブチレンオキサイド付加物

[0043]

[Table 2]

記号	種類
A 1	オクチルアルコール
A 2	ノニルアルコール
A 3	ブチルアルコール

[0044]

[Table 3]

記号	種類
S 1	オクタン酸
S 2	2-エチルヘキサン酸
S 3	ラウリン酸

[0045]

[Table 4]

No.	記号	ポリアルキレングリコール					
		R <sup>1</sup>	R <sup>4</sup>	含有量 (重量%)	m+n	動粘度 (c St)	
実 施 例	1	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	12	120
	2	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	80	800
	3	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	30	3000
	4	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	16	200
	5	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	65	850
	6	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	280	3500
	7	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99	80	800
	8	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	80	800
	9	P 2	H	CH <sub>3</sub>	99	80	1000
	10	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	80	1000
	11	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99	120	1200
	12	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	120	1200
	13	P 2	H	CH <sub>3</sub>	99	105	1300
	14	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	105	1300
	15	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.5	50	500
	16	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	50	500
	17	P 2	H	CH <sub>3</sub>	99.5	48	600
	18	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	48	600
	19	P 1	H	CH <sub>3</sub>	98.5	380	3800
	20	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	380	3800

[0046]

[Table 5]

No.	記号	ポリアルキレンクリコール					
		R <sup>1</sup>	R <sup>4</sup>	含有量 (重量%)	m+n	動粘度 (c S t)	
実 施 例	21	P 2	H	CH <sub>3</sub>	98.5	320	4000
	22	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	320	4000
	23	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	400	4900
	24	P 2	H	CH <sub>3</sub>	90	400	4900
	25	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.5	320	3200
	26	P 2	H	CH <sub>3</sub>	99.5	240	3000
	27	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.8	380	3800
	28	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.3	380	3800
	29	P 1	H	CH <sub>3</sub>	95	380	3800

[0047]

[Table 6]

No.	ポアルキレンクリコール						
	記号	R <sup>1</sup>	R <sup>4</sup>	含有量 (重量%)	m+n	動粘度 (c S t)	
比 較 例	30	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	8	80
	31	P 1	H	CH <sub>3</sub>	100	550	5500
	32	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	6	80
	33	P 2	H	CH <sub>3</sub>	100	440	5500
	34	P 1	H	CH <sub>3</sub>	87	80	800
	35	P 2	H	CH <sub>3</sub>	87	72	900
	36	P 1	H	CH <sub>3</sub>	88	100	1000
	37	P 1	H	CH <sub>3</sub>	80	200	2000
	38	P 1	H	CH <sub>3</sub>	85	150	1500
	39	P 1	H	CH <sub>3</sub>	99.5	220	2200
	40	P 1	H	CH <sub>3</sub>	95	220	2200
	41	P 1	H	CH <sub>3</sub>	90	220	2200

[0048]

[Table 7]

No.	アルコール		脂肪酸	
	記号	含有量 (重量%)	記号	含有量 (重量%)
実 施 例	1	なし		なし
	2	なし		なし
	3	なし		なし
	4	なし		なし
	5	なし		なし
	6	なし		なし
	7	A1	1	なし
	8	A1	10	なし
	9	A1	1	なし
	10	A1	10	なし
	11	A2	1	なし
	12	A2	10	なし
	13	A2	1	なし
	14	A2	10	なし
	15	なし	S1	0.5
	16	なし	S1	10
	17	なし	S2	0.5
	18	なし	S2	10
	19	A2	1	S1 0.5
	20	A2	5	S1 5

[0049]

[Table 8]

No.	アルコール		脂肪酸	
	記号	含有量 (重量%)	記号	含有量 (重量%)
実 施 例	21	A2	1	S1 0.5
	22	A2	5	S1 5
	23	A2	1	S1 9
	24	A2	9	S1 1
	25	A1	0.5	なし
	26	A2	0.5	なし
	27	なし	S1	0.2
	28	A2	0.5	S1 0.2
	29	A3	5	なし

[0050]

[Table 9]

No.	アルコール		脂肪酸	
	記号	含有量 (重量%)	記号	含有量 (重量%)
比 較 例	3 0	なし		なし
	3 1	なし		なし
	3 2	なし		なし
	3 3	なし		なし
	3 4	A 1	1 3	なし
	3 5	A 2	1 3	なし
	3 6		S 1	1 2
	3 7	A 2	1 0	S 1
	3 8	A 3	1 5	なし
	3 9		S 3	0. 5
	4 0		S 3	5
	4 1		S 3	1 0

[0051]And the existence of printing of the plug by drawing processing was investigated. In this investigation, that from which printing produced that from which printing has not produced what printing has not produced also after carrying out drawing processing of the element tube a total of 5 km in length after carrying out drawing processing of the element tube with an O and a length of a total of 3 km before carrying out drawing processing of the element tube with a \*\* and a length of a total of 3 km was made into x.

[0052]Subsequently, the copper pipe whose length by which drawing processing was carried out is 2000 m was rolled round to the coiled form. After purging the inside of a pipe for 30 minutes by a part for 20 l. of rates-of-flow/using DX gas, the copper pipe rolled round to the coiled form with the bright annealing furnace was annealed. DX gas is reducing gas which contains CO, CO<sub>2</sub>, and H<sub>2</sub> by using nitrogen as the

main ingredients. In a bright annealing furnace, so that a minimum-temperature part may be held for more than 10 minutes above 450 \*\*, After setting the controlled atmosphere as 600 \*\* and carrying out heating annealing for about 25 minutes, the copper pipe was cooled, after the dried air replaced the gas which remains inside a pipe, the coiled copper pipe was disassembled and the weight of the bottom oil in various parts was measured.

[0053]The measuring method of the weight of bottom oil is as follows. The 10-m-long pipe for measurement was cut from 15 places of a coiled copper pipe, this inner surface was washed by HCFC141b, and bottom oil was extracted, and by heating this, the solvent was made to evaporate, the weight of bottom oil was measured, the blank was deducted, and it converted into the weight per m.

[0054]After cutting the pipe for copper pipe blank tests and expanding this, other copper pipes were inserted in the expanded end, and when a wire size heated for 6 seconds with propane combustion gas using the phosphor copper wax (BCuP-2)

which is 1.6 mm, it soldered. And the existence of gas leakage when chlorofluocarbon is filled up with the pressure of  $30 \text{ kg/cm}^2$  in a pipe was evaluated. That from which O and gas leakage produced what gas leakage does not produce was evaluated as x. These results are shown in the following tables 10 thru/or 12. The maximum bottom oil weight shows the bottom oil weight per m of the pipe which had most bottom oil among 15 cut pipes, and average bottom oil weight shows the bottom oil weight per m of an average of 15 pipes.

[0055]

[Table 10]

No.	最大残油重量 (mg/m)	平均残油重量 (mg/m)	プラグの 焼付き	ろう付け性
実 施 例	1 0. 4 2	0. 1 0	△	○
	2 0. 4 5	0. 1 0	△	○
	3 0. 4 9	0. 1 0	△	○
	4 0. 3 5	0. 0 7	△	○
	5 0. 4 1	0. 0 9	△	○
	6 0. 4 5	0. 1 0	△	○
	7 0. 2 5	0. 0 5	○	○
	8 0. 3 1	0. 0 6	○	○
	9 0. 3 5	0. 0 7	○	○
	10 0. 4 3	0. 1 0	○	○
	11 0. 4 1	0. 1 0	○	○
	12 0. 3 9	0. 0 9	○	○
	13 0. 3 7	0. 0 9	○	○
	14 0. 3 2	0. 0 8	○	○
	15 0. 3 2	0. 0 7	○	○
	16 0. 3 1	0. 0 7	○	○
	17 0. 3 2	0. 0 6	○	○
	18 0. 4 2	0. 1 0	○	○
	19 0. 4 5	0. 1 0	○	○
	20 0. 4 9	0. 1 1	○	○

[0056]

[Table 11]

	No.	最大残油重量 (mg/m)	平均残油重量 (mg/m)	プラグの 焼付き	ろう付け性
実 施 例	21	0. 35	0. 08	○	○
	22	0. 41	0. 10	○	○
	23	0. 40	0. 10	○	○
	24	0. 40	0. 10	○	○
	25	0. 39	0. 09	△	○
	26	0. 33	0. 05	△	○
	27	0. 37	0. 08	△	○
	28	0. 44	0. 12	△	○
	29	0. 32	0. 06	△	○

[0057]

[Table 12]

	No.	最大残油重量 (mg/m)	平均残油重量 (mg/m)	プラグの 焼付き	ろう付け性
比 較 例	30	0. 40	0. 10	×	○
	31	0. 90	0. 40	○	×
	32	0. 41	0. 10	×	○
	33	0. 85	0. 40	○	×
	34	0. 70	0. 20	○	×
	35	0. 73	0. 21	○	×
	36	0. 80	0. 41	○	×
	37	1. 20	0. 87	○	×
	38	0. 72	0. 21	△	×
	39	0. 78	0. 39	○	×
	40	0. 92	0. 52	○	×
	41	1. 30	0. 90	○	×

[0058] Since drawing processing of the element tube was performed in Examples 1 thru/or 29 using the lubricating oil containing suitable PAG as shown in the above-mentioned tables 10 thru/or 12, bottom oil weight was low, the maximum bottom oil weight was very as low as 0.50 or less mg/m especially, printing of a plug was controlled and soldering nature was good. In Examples 7 thru/or 24, since suitable alcohol and fatty acid contained, the life of the plug until printing arises was very long.

[0059] On the other hand, in the comparative examples 30 and 32, since the kinetic viscosity of PAG was less than the minimum of this invention range, printing of a plug arose at the time of drawing processing.

[0060] In the comparative examples 31 and 33, since the kinetic viscosity of PAG was over the maximum of this invention range, the oil film which remains after drawing processing became thick, the bottom oil weight after annealing was high, and

soldering nature was poor.

[0061]In the comparative examples 34 thru/or 37, since the content of PAG was less than the minimum of this invention range and the total amount of alcohol and fatty acid was high, the bottom oil weight after annealing was high, and soldering nature was poor.

[0062]In the comparative example 38, since the content of PAG was less than the minimum of this invention range and there were few carbon numbers of alcohol, sufficient oiliness was not obtained, but lubricity was low, and after carrying out drawing processing of the length which is a total of 3 km, printing arose to the plug. The bottom oil weight after annealing was high, and soldering nature was poor.

[0063]In the comparative examples 39 thru/or 41, since the carbon number of the contained fatty acid was over the maximum of this invention range, the bottom oil weight after annealing was high, and soldering nature was poor.

[0064]

[Effect of the Invention]As explained in full detail above, in this invention, polyalkylene glycol with kinetic viscosity suitable for 100 thru/or 5000cSt in 40 \*\* contains 90% of the weight or more to the lubricating oil.

Therefore, the lubricity at the time of drawing processing is high, and the bottom oil after annealing can be reduced easily and soldering nature can be raised.

Since supply of the gas by which large-sized equipment introduced and continued is unnecessary, an increase in cost can be prevented. By making a lubricating oil contain fatty acid alcohol and/or whose carbon number are ten or less, oiliness can be raised and the frictional resistance at the time of drawing processing can be reduced more. Lubricity is raised more by specifying the carbon number and content of alcohol and/or fatty acid to a suitable thing, and bottom oil can be reduced more.

---

[Translation done.]